

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 03056430  
PUBLICATION DATE : 12-03-91

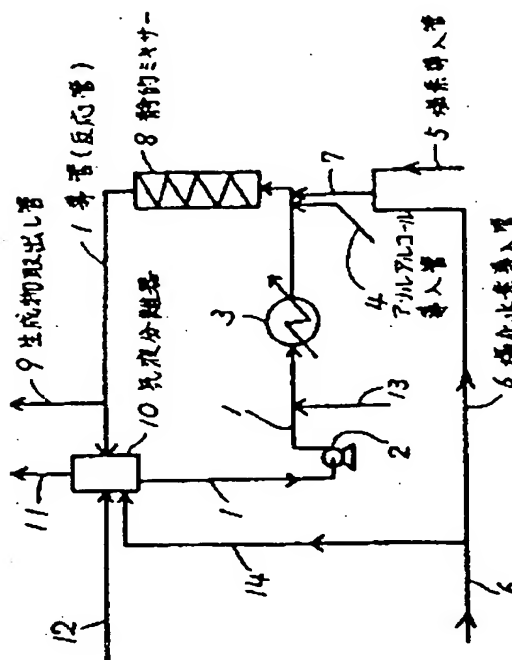
APPLICATION DATE : 25-07-89  
APPLICATION NUMBER : 01192417

APPLICANT : DAISO CO LTD;

INVENTOR : TANAKA WATARU;

INT.CL. : C07C 31/36 C07C 29/62

TITLE : CONTINUOUS PRODUCTION OF  
2,3-DICHLORO-1-PROPANOL AND  
APPARATUS THEREFOR



**ABSTRACT :** PURPOSE: To continuously produce the subject compound by adopting a circulating method with a reaction tube, reacting allyl alcohol with chlorine under heat insulated conditions and removing a large amount of reaction heat and heat of solution of hydrogen chloride utilizing the sensible heat of a cooled circulating liquid.

**CONSTITUTION:** Allyl alcohol is reacted with chlorine in hydrochloric acid medium to provide 2,3-dichloro-1-propanol. In the process, a reaction mixture containing the hydrochloric acid medium is cooled with a heat exchanger 3 and circulated through a conduit, i.e. a reaction tube 1 using a pump 2. The allyl alcohol, chlorine gas and hydrogen chloride gas are continuously introduced into the aforementioned liquid and reacted in the passage of the conduit 1 to take a reaction mixture containing the product corresponding to the total number of mol of the fed allyl alcohol from a product taking out pipe 9. Furthermore, the hydrogen chloride gas or hydrochloric acid or both are supplied from a pipe 13 to the remainder. The reaction heat and heat of solution of the hydrogen chloride gas are absorbed by the sensible heat of the circulating liquid. The subject compound in a high concentration can be continuously produced in high yield according to the above-mentioned method.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

**THIS PAGE BLANK (USPTC**

---

⑩ 日本国特許庁(JP) ⑪ 特許出願公開  
⑫ 公開特許公報(A) 平3-56430

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 07 C 31/36  
29/62

識別記号 庁内整理番号  
6958-4H  
8827-4H

⑭ 公開 平成3年(1991)3月12日

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全8頁)

⑮ 発明の名称 2, 3-ジクロロ-1-プロパノールの連続的製法及びその装置

⑯ 特 願 平1-192417

⑰ 出 願 平1(1989)7月25日

⑱ 発 明 者	大 須 賀 正 就	大阪府豊中市東泉丘2-5-1 桃山台ハイツ406
⑱ 発 明 者	中 田 哲 也	兵庫県尼崎市大島2丁目35-2
⑱ 発 明 者	塩 見 豊	兵庫県尼崎市元浜町2丁目81
⑱ 発 明 者	武 田 静 雄	愛媛県松山市高岡町783-50 B-4
⑱ 発 明 者	田 中 亘	兵庫県神戸市灘区篠原本町5丁目4-24
⑰ 出 願 人	ダイソー株式会社	大阪府大阪市西区江戸堀1丁目10番8号
⑲ 代 理 人	弁理士 門 多 透	

明 細 書

1. 発明の名称 2,3-ジクロロ-1-プロパノールの連続的製法及びその装置

2. 特許請求の範囲

(1) アリルアルコールと塩素との塩酸媒体中における反応により、2,3-ジクロロ-1-プロパノールを製造するに際し、導管内に塩酸媒体を含む反応混合物を冷却して循環させ、この循環液にアリルアルコール、塩素ガス及び塩化水素ガスを連続的に導入して上記導管経路内で反応させ、供給されたアリルアルコールの総モル数に相当する生成物を含む反応混合物を取出し、残部に塩化水素ガス及び/又は塩酸を補充し、この循環液の顕熱により反応熱及び塩化水素ガスの溶解熱を吸収させることを特徴とする2,3-ジクロロ-1-プロパノールの連続的製法。

(2) 循環液中におけるアリルアルコールと塩素との反応温度が-20～+10℃である請求項1に記載の製法。

(3) 循環液中におけるアリルアルコールと塩素と

の反応滞留時間が5～30秒である請求項1又は2に記載の製法。

(4) 塩化水素ガスとして導管より取出した生成物を含む反応混合物より回収された塩化水素ガスを使用する請求項1～3いずれかに記載の製法。

(5) 循環液に導入する塩化水素ガスの少くとも一部を塩素との混合ガスとする請求項1～4いずれかに記載の方法。

(6) アリルアルコール、塩素及び塩化水素ガスの導入位置を相互に近接した位置とする請求項1に記載の製法。

(7) アリルアルコールと塩素との塩酸媒体中における反応により、2,3-ジクロロ-1-プロパノールを製造するための装置であって、塩酸媒体を含む反応混合物を循環させ少くともその一部で上記反応を行わせる導管経路よりなり、該導管にはアリルアルコール導入管、塩素ガス及び塩化水素ガスの導入管、上記アリルアルコールとガスとを混合させる静的ミキサー、反応生成物の取出し管、排ガスを分離排出させる気液分離器、調節水導入

管、補充用塩化水系ガス及び／又は塩酸導入管、循環用ポンプ、並びに循環液冷却用熱交換器を設けたことを特徴とする装置。

(8) 請求項7に記載の装置を順次直列に連結して使用される、アリルアルコールと塩素との塩酸媒体中における反応により2,3-ジクロロ-1-プロパノールを製造するための2段式もしくは多段式の装置であって、塩酸媒体を含む反応混合物を循環させ少くともその一部で上記反応を行わせる導管経路よりなり、該導管にはアリルアルコール導入管、塩素ガス及び塩化水系ガスの導入管、上記アリルアルコールとガスを混合させる静的ミキサー、反応生成物の取出し管、排ガスを分離排出させる気液分離器、前段よりの生成物を導入する管、補充用塩化水系ガス及び／又は塩酸導入管、循環用ポンプ並びに循環液冷却用の熱交換器を設けたことを特徴とする装置。

### 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は塩酸媒体中でアリルアルコールに塩素

(特開昭62-19544号、同26243号)。しかしながらこの回分乃至半回分式の方法から得られる情報を用いて連続的に2,3-ジクロロ-1-プロパノールを製造しようとすると、逐次反応や並行反応による副生物が生成し、2,3-ジクロロ-1-プロパノールの収率は5%前後の低下は免れなかった。

これを避けるためには通常チューブラー式あるいは多槽式の反応器が用いることが考えられるが、アリルアルコールへの塩素の付加反応は周知のように多量の発熱を伴うので、除熱に工夫を要する。またこの反応は低温で高収率が得られるが、反応混合物の粘性が高く、これらのことから、例えば単通のチューブラー式では熱交換器の効率をよくするために線速度を大きくする必要があり、長大な反応管を要することとなって必ずしも実用的でない。一方アリルアルコールへの塩素の付加反応は速いことも知られており、したがって除熱方式が適切であれば、それ程長い滞留時間は必要ではない。それ故、攪拌槽を複数個用いる多槽式では

を付加させて2,3-ジクロロ-1-プロパノールを連続的に製造する方法及びこれに用いられる装置に関する。

(従来の技術)

塩酸媒体中でアリルアルコールに塩素を付加させる2,3-ジクロロ-1-プロパノールの製造方法は例えば特公昭37-17206号、特開昭59-128340号、特開昭59-128341号、特開昭60-258171号等に開示されている。特に高濃度の塩酸中で反応させることにより高収率で2,3-ジクロロ-1-プロパノールが得られることが知られており、塩酸濃度が重要な要因の一つであることは明らかであるが、連続的に商業的規模で製造するための具体的な方案は提供されていない。

本出願人は先に塩酸媒体中で、アリルアルコール、塩素及び塩化水系を同時に導入して反応させる方法を提案し、塩化アリルやエーテル結合を有する化合物の副生を抑え、高収率で2,3-ジクロロ-1-プロパノールを製造できることを示した

除熱速度に限界があり効率的でない。攪拌槽と外部冷却器を組合せる方式も一般的には知られているが上記の反応については実行可能な方法として従来提供されていない。

(発明が解決しようとする課題)

本発明は以上の点に鑑み、工業的規模において塩酸媒体中でアリルアルコールと塩素との反応により高濃度の2,3-ジクロロ-1-プロパノールを連続的に高収率で製造する方法及び装置を提供することを目的とする。

(課題を解決するための手段)

本発明はすなわち、アリルアルコールと塩素との塩酸媒体中における反応により2,3-ジクロロ-1-プロパノールを製造するに際し、導管内に塩酸媒体を含む反応混合物を冷却して循環させ、この循環液にアリルアルコール、塩素ガス及び塩化水系ガスを連続的に導入して上記導管経路内で反応させ、供給されたアリルアルコールの総モル数に相当する生成物を含む反応混合物を取出し、残部に塩化水系ガス及び／又は塩酸を補充し、こ

の循環液の顕熱で反応熱及び塩化水素ガスの溶解熱を吸収させることを特徴とする2,3-ジクロロ-1-プロパノール(以下DCHと略記する)の連続的製法及びこれに使用される装置である。

本発明法を図面により説明する。第1図は本発明法を実施するのに好適な装置の1例を示す。第1図において導管(反応管)(1)で形成される経路には、循環ポンプ(2)により塩酸媒体を含む反応混合物が熱交換器(3)によって冷却されながら循環している。この循環液には管(4)よりアリルアルコールが導入され、また塩素導入管(5)から塩素ガスが、塩化水素ガス導入管(6)から塩化水素ガスが、所定のモル比に混合されて混合ガスとして管(7)より導入される。ガスの混合をよくするために適当な混合器を設けてもよい。この混合ガス導入管(7)とアリルアルコール導入管は近接して配置されており、供給されたアリルアルコール、塩素及び塩化水素ガスは循環液と共に静的ミキサー(8)に導かれ混合される。このミキサー(8)を出た反応混合物から、少くとも供給された

アリルアルコールの総モル量に相当するDCH生成物を含む反応混合物が管(9)より取出され、残部は気液分離器(10)に入り、管(11)より循環液中にその分圧分だけ混入してくる排ガスを分離し、管(12)より導入される調節水と合して循環ポンプ(2)によって再循環される。この際、生成物と共に系外に出される塩化水素を補うために塩酸が管(13)より導入される。

上記において用いられるアリルアルコールは無水のものでもよく最大約40重量%の水を含むものでもよい。また塩素ガスは液化塩素を気化させたものでもよいし、水素及び空気その他を1~3%程度含む所謂生ガスであってもよい。また塩化水素ガスは後述のように管(9)より取出される反応混合物中に含まれる塩化水素ガスを分離回収して用いることができる。混合ガス中における塩素の塩化水素に対するモル比は0.1~9の範囲に調整するのが望ましい。また供給されるアリルアルコールに対する塩素のモル比は1~1.1の範囲が適当である。アリルアルコールの導入管と混合ガス

の導入管はそれぞれ複数箇所に配置してもよく、また塩化水素ガスは塩素と別に導入することもできるが、少くともその一部は塩素との混合ガスとして導入することが有効である。反応管中を流れる塩酸温度は、少くとも混合ガスの最初の導入管(7)より生成物の取出し管(9)までの反応領域において、反応混合物中15~45重量%、好ましくは25~45重量%である。15重量%未満では副生物である3-クロロ-1,2-プロパンジオールの生成比が大きくなり、DCHの収率が低下するので好ましくない。また45重量%を越えると大規模な冷却及び/又は加圧設備を要することとなり不経済である。上記反応領域中の滞留時間は5~30秒で必要かつ十分である。この滞留時間内で生成物の取出し口におけるアリルアルコール温度を実質的にゼロにすることができ、また新たに生成した生成物を反応管内に必要以上に長く滞留させず実際の反応領域限定することが可能になる。

反応温度は反応領域内において10℃以下が好ましい。10℃を越えると塩化アリル、トリクロロバ

ロパン、エーテル等の副生物が増加し、DCHの収率が低下する。一方-20℃より低温では収率向上には有利であるが、冷却に要するコスト面、あるいは反応混合液の凍結のおそれの点で好ましくない。本発明にいう反応領域は一種の断熱反応器として機能するため、反応管中の軸方向に温度勾配が生じる。この場合、塩素とアリルアルコールが最初に接触する部分の温度が-20~0℃、生成物取出し口における温度が-10~10℃とするのが適当である。反応器の他の部分についてはそれ程厳密ではないが-20~10℃に保つことが望ましい。

本発明においては上記のような反応管による循環方式を採用し、アリルアルコールと塩素とを断熱条件下に反応させ、多量の反応熱と塩化水素との溶解熱は冷却された循環液の顕熱を利用して除去する。したがって反応混合物の混合が重要であり静的ミキサーが採用される。混合の効果を高めるために、反応管中での反応混合物の線速度は少くとも0.5m/秒が必要である。静的ミキサーとは駆動部分の全くない静止型混合攪拌器であり、

スタティックミキサー、ハイミキサー、ISGMキサー、LPDミキサー等の名称で市販されている。エレメント数は混合液の線速度、圧力損失等を考慮して定められるが反応領域当り4~20エレメントで十分である。

第1図において管(12)より気液分離器(10)へ導入される調節水としては、生成物取出し管(9)より取出される反応混合物より分離した水相が利用される。すなわち本発明の後工程において、取出された反応混合物を加熱して発生する塩化水素ガスを回収し、残液を冷却することによりDCH相(下層)と塩酸水溶液相(上層)に分液することができるが、この上層を調節水として循環し利用することができる。この調節水は反応管に供給される他の成分を考慮し、また反応管中を流れる液の総量が一定になるように、かつ反応混合物中のDCH及び塩酸の濃度が所定の値になるように流量調節して循環液に導入する。導入箇所は図面に示す箇所に限定されず反応管の任意の箇所でもよい。また上記の後工程において回収された塩化水素

ガスは、通常は図面のごとく管(6)(7)より導管(1)に導入されるが、余剰分が生じたときは、たとえば管(6)の分岐管(14)より気液分離器(10)に導入してもよいし、熱交換器(3)に入る手前の位置に導入してもよい。

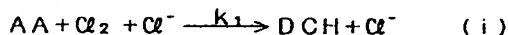
第2図は第1図の装置を組合せて2段式にした例である。図面左側の1段目反応装置の配管、機器を示す番号は第1図のそれらと同様であり、右側の2段目装置には生成物取出し管(9)より取出された生成物を含む反応混合物が導入され、循環液としてポンプ(102)により導管(反応管)(101)内を循環する。また塩化水素ガスは第1段目の導管(6)より分岐して第2段目の導管(106)により管(105)より導かれる塩素と混合され、管(107)により導管(101)に導入される。アリルアルコール導入管(104)、静的ミキサー(108)、生成物取出し管(109)、気液分離器(110)、排ガス導出管(111)、熱交換器(103)、補充用塩酸導入管(113)、塩化水素ガス導入管(114)はいずれも第1図に説明したものと同様である。

1段目と2段目の反応量の比率は反応工学的考察により容易に決定できるが、本発明においてはその比率は1:1とするのが適当である。そして生成物取出し管(9)と(109)におけるアリルアルコール濃度が実質的にゼロとなるようにすべきである。同様にして2段式を3段式あるいはそれ以上の多段式にすれば収率上有利であるが、経済性を考慮して適宜決定すればよい。

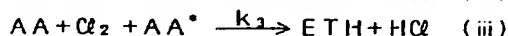
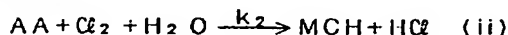
#### (作用)

本発明法の基本的な反応機構は次式に示される。

#### (主反応)



#### (副反応)



但し、上式において

AA : アリルアルコール

MCH : 3-クロロ-1,2-プロパンジオール

AA\* : AA, DCH, MCHのような

ヒドロキシ基を有する化合物を

代表させたもの

ETH : エーテル類

$k_1, k_2, k_3$  : 式(i)(ii)(iii)

の反応速度定数

これより次式の反応速度式が得られる。

$$d[DCH]/dt = k_1 [AA] [Cl_2] [Cl^-] \quad (iv)$$

$$d[MCH]/dt = k_2 [AA] [Cl_2] [H_2O] \quad (v)$$

$$d[ETH]/dt = k_3 [AA] [Cl_2] [AA^*] \quad (vi)$$

但し上式において[ ]はその成分の濃度を表わす。

式(iv)(v)(vi)よりMCH又はETHの生成比は、

$$d[DCH]/d[MCH] = k_1 [Cl^-] / k_2 [H_2O] \quad (vii)$$

$$d[DCH]/d[ETH] = k_1 [Cl^-] / k_3 [AA^*] \quad (viii)$$

となる。

上記式(vii)により反応の場における $Cl^-$ 濃度の高い程DCHの生成比が高くなるので有利であり、本発明のごとく媒体となる塩酸濃度は工業的に不都合のない程度に大にするのがよい。

また本発明は上記のように反応管による循環方式を採用するものであるが、攪拌槽による連続式に比べ新たに生じた生成物の一部についてみれば、平均滞留時間を短くすることができ、かつ反応領域においてはチューブラー反応器類似の反応器が形成され、管の軸方向における反応混合液の混合が抑えられるので、逐次反応が起こる機会が少くなり、主としてエーテルからなる副生物の生成が抑えられる。また上記(iii)式により $AA^*$ と $Cl_2$ が $AA$ と共に $ETH$ の生成に関与すると考えられるので、 $AA^*$ の反応速度への寄与は近似的に $AA$ の初期濃度で代表させることができる。このような点より、アリルアルコール及び塩素のための導入管を複数箇所配置すると、アリルアルコールの初期濃度を無限小に近づけることができるので式(viii)の $[AA^*]$ が小さくなり、エーテルの生成比をさらに小さくするのに効果がある。このようにすれば回分式に近似した連続式の反応を行うことができる。

またアリルアルコールと塩素との反応は周知の

ように極めて速い。したがって両者を速やかに接触させる程有利であり、本発明のごとくアリルアルコールと塩素とを同時にしかも反応管中の近接した位置に導入することはこの目的にそうものである。さらに前記のごとく $Cl_2$ 濃度の高いほど $DCH$ の生成比が高くなるので、塩化水素ガスの一部を塩素との混合ガスとして同時に導入する方法が有効である。以下、実施例、比較例を示すが組成%はいずれも重量単位である。

#### (実施例)

##### 比較例1

第3図に示す装置を用いて塩酸媒体中におけるアリルアルコールと塩素との反応を行った。

生成物取出し管(203)より下の容積が700mlの蓋付きガラス製攪拌槽(反応容器)(201)を用いて管(206)よりアリルアルコール、管(209)より塩素ガス(207)塩化水素ガス(208)の混合ガス、管(210)より塩酸、管(211)よりリサイクルされた調節水を供給し、管(212)より排ガスを排出させながら反応させ、連続的に管(203)より生成物

を反応混合物容器(204)に取出した。ガラス製攪拌槽(201)及び受器(204)は冷却浴(213)、(214)によって冷却される。各原料の供給量、反応条件及び結果を第1表に示す。

第 1 表

供給量	
含水アリルアルコール(純度71.5%)	0.197kg/hr
塩素	0.182 "
塩化水素ガス(塩素と混合)	0.330 "
35%塩酸	0.127 "
調節水*	0.851 "
混合ガスのモル比( $Cl_2/HCl$ )	
	0.28
塩酸濃度	30.1 %
反応温度	0 °C
滞留時間	30 分
生成物取出し口のアリルアルコール濃度	0
供給アリルアルコール基準の収率	
2,3-ジクロロ-1-プロパノール	90.0 %
3-クロロ-1,2-プロパンジオール	5.9 %
エーテル	2.5 %

#### \* 調節水の内訳

塩化水素	0.134 kg/hr
水	0.508 "
DCH	0.163 "
MCH	0.042 "
その他	0.004 "

## 参考例

第3図の装置の生成物取出し管(203)を閉鎖して、半回分式の装置として用いた。

反応容器(201)に37%塩酸400gを仕込み、0℃に保ちつつ、攪拌下にアリルアルコール 85g、塩素105gと塩化水素 80gとの混合ガスをアリルアルコールと塩素がほぼ当量になるように、45分間で供給した。反応後窒素ガスを吹込んで塩化水素を追い出した後、反応混合物をガスクロマトグラフ法で定量したところ、供給したアリルアルコール基準でDCHが98.0%の収率で生成した。

## 実施例1～5 比較例2

第1図に示した装置において、伝熱面積10㎡のカーベイト製熱交換器(3)、20エレメントのセラミック製静的ミキサー(8)、容量 100ℓのガラスライニング製容器からなる気液分離器(10)、循環ポンプ(2)を径25mmのフッ素樹脂ライニング管(1)で環状に接続し、反応管とした。反応管全体は十分に保冷し、熱交換器と気液分離器のジャケットは冷媒を循環して冷却した。塩素と塩化水素

との混合ガス導入管(7)とアリルアルコール導入管(4)とは近接して配置されており、この位置から生成物取出し管(9)までの距離を20mとした。なお比較のため、静的ミキサーを通らないバイパスを反応管に設けた。また図には省略してあるが、温度計、流量計、圧力計等の計装設備を通常的方式で装備した。反応管の保有液量は約 200ℓであった。

各原料の供給量、反応条件及び試験結果を第2表に示した。塩酸濃度は中和滴定により、生成物はガスクロマトグラフ法により定量した。ガスクロマトグラフ法のカラムとしてシリコン系中極性キャピラリーカラム(長さ25m, ガスクロ工業社製OV-1701)を用い、エチレングリコールジエチルエーテルを内部標準物質として定量した。調節水(後工程よりのリサイクル液)は取出された生成物を含む反応混合物を加熱して常圧乃至1.5気圧で塩化水素ガスを放散後、冷却すると2層に分離し、その上層(水相)を回収したものを用いた。

なお実施例5においては第2図に示したような2段式の装置とした。ただし塩化水素ガス導入管(114)(114)は使用しなかった。



第 2 表

	単 位	実 施 例						比較例 2
		1	2	3	4	5		
供 給 係						1段目	2段目	
懸水アリルアルコール	kg/hr	6.52	6.52					
含水アリルアルコール(純度71.5%)	"			9.12	7.30	4.56	4.56	9.12
塩素	"	8.28	8.28	8.28	6.62	4.04	4.04	8.28
塩化水素ガス(塩素と混合)	"	11.00	0.42	9.40	15.10	11.23	0.25	9.40
塩化水素ガス(混合せず)	"		10.58 ②					
20.2%塩酸	"	3.04						
35%塩酸	"			3.02	5.00	2.10		3.02
調節水		28.18 ①	28.18	26.38 ③	28.25 ④	29.65 ⑤	51.58 ⑥	26.38 ③
混合ガスのモル比 $\text{Cl}_2/\text{HCl}$	-	0.39	10.14	0.45	0.23	0.18	8.3	0.45
循環液温度	°C	27.6	27.6	26.0	34.4	31.8	27.7	26.0
熱交換器出口温度	°C	-10	-10	-7	-18	-10	-10	-7
生成物取出し温度	°C	0	0	+5	-6	0	0	+5
循環流量	l/hr	50	50	75	25	50	50	75
回転速度	rev/sec	1.6	1.6	2.5	0.8	1.6	1.6	2.5
停留時間	sec	12	12	8	24	12	12	8
静的ミキサー	-	あり	あり	あり	あり	あり	あり	なし
生成物取出し口のアリルアルコール濃度	%	0	0	0	0	0	0	0.1
収 率 (供給アリルアルコール基準)								
未反応アリルアルコール	%	0	0	0	0	0	0	1.2
2,3-ジクロロ-1-プロパノール	"	94.0	93.0	93.8	94.8	97.2	96.1	91.2
3-クロロ-1,2-プロパンジオール	"	3.6	4.2	3.7	3.3	2.1	2.8	4.9
エーテル	"	1.9	2.2	2.0	1.5	0.5	0.8	2.1

## 第 2 表の注釈

## ① 調節水(リサイクル液)の内訳

塩化水素	4.10kg/hr	MCH	1.28kg/hr
水	16.83 "	その他	0.32 "
DCH	5.65 "		

## ② 第1図における気液分離器(10)に吹込んだ。

## ③ 調節水(リサイクル液)の内訳

塩化水素	4.17kg/hr	MCH	1.15kg/hr
水	15.75 "	その他	0.11 "
DCH	5.20 "		

## ④ 同

塩化水素	3.90kg/hr	MCH	1.19kg/hr
水	15.75 "	その他	0.13 "
DCH	5.28 "		

## ⑤ 同

塩化水素	4.42kg/hr	MCH	0.98kg/hr
水	17.44 "	その他	0.11 "
DCH	6.70 "		

## ⑥ この調節水は1段目の反応器から戻ってくる液を意味し、その内訳は次のとおりである。

塩化水素	16.47kg/hr	MCH	1.56kg/hr
水	19.98 "	その他	0.04 "
DCH	13.61 "		

以上の実施例、比較例、参考例より、次のことが判る。本発明方法及び装置を用いた各実施例は第3図に示す通常の攪拌槽を用いた1段式の連続的方法で行った比較例1に比べ、目的とするDCHの収率は高く副生物は減少している。参考例は第3図装置を用いた半回分的方法であり高収率が得られているが、実験室的容量で行われたもので工業的には不適當である。また第2図に示した2段式の装置を用いた実施例5では収率の向上が顕著であり、半回分式方法で行われた参考例に近くなっている。また静的ミキサーを省略した比較例2は各実施例に比べ収率の低下が認められる。

## (発明の効果)

以上のように本発明方法及び装置によれば、塩酸媒体中におけるアリルアルコールと塩素との反応により2,3-ジクロロ-1-プロパノールを製造する工程を、工業的規模に適した連続法により効率よく行うことができる。また本発明によれば工業化に際して不可避な、実験室的手法における高い収率の低下を最小限に抑えることが可能とな

り産業上きわめて有用である。

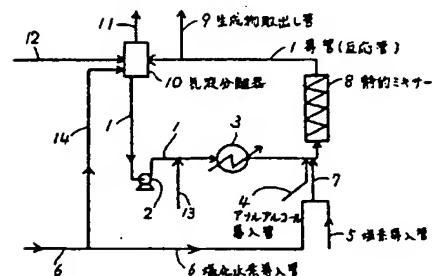
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図及び第2図は本発明方法を実施する装置の概略図を示し、第1図は1段式、第2図は2段式を表わす。第3図は比較例1に使用した実験室的規模の2,3-ジクロロ-1-プロパノールの製造装置の概略図を示す。

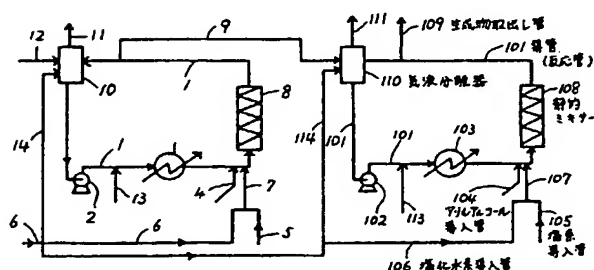
- 1, 101 : 導管(反応管),
- 2, 102 : 循環ポンプ,
- 3, 103 : 熱交換器,
- 4, 104 : アリルアルコール導入管,
- 7, 107 : 塩素、塩化水系混合ガス導入管,
- 8, 108 : 静的ミキサー,
- 9, 109 : 生成物取出し管

出願人 ダイソー株式会社  
代理人 弁理士 門多 透

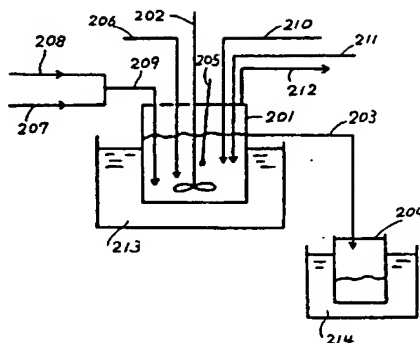
第 1 図



第 2 図



第 3 図



- 201: 反応容器
- 202: 攪拌機
- 203: 生成物取出し管
- 204: 反応混合液貯留器
- 205: 温度計
- 206: アリルアルコール導入管
- 207: 塩素導入管
- 208: 塩化水系導入管
- 209: 混合ガス導入管
- 210: 塩化水導入管
- 211: 銅粉水導入管
- 212: 排ガス排出管
- 213, 214: 冷却浴